

Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 54119531
PUBLICATION DATE : 17-09-79

APPLICATION DATE : 10-03-78
APPLICATION NUMBER : 53027474

APPLICANT : NIPPON SODA CO LTD;

INVENTOR : KANO SABURO;

INT.CL. : C09B 57/00

TITLE : BISPYRROLOPYRAZINE COMPOUND, ITS PREPARATION, AND METHOD OF USING IT AS PIGMENT

ABSTRACT : NEW MATERIAL: A bispyrrolopyrazine compound of formula I: (R is H or methyl group; X is carbocyclic or heterocyclic aromatic diamine residue).

EXAMPLE: A compound of formula II.

USE: Printing ink and coating materials, and coloring rubbers and synthetic resins.

PROCESS: A pyrrolopyrazine of formula III: (R₁ is lower alkoxy group) is reacted with a diamine of the formula H₂N-X-NH₂ in an organic solvent to give the objective compound of formula I.

⑨日本国特許庁(JP)

⑩特許出願公開

⑫公開特許公報(A)

昭54-119531

⑪Int. Cl.²
C 09 B 57/00

識別記号 ⑫日本分類
23 A 0

庁内整理番号 ⑬公開 昭和54年(1979)9月17日
6859-4H

発明の数 3
審査請求 未請求

(全 9 頁)

⑭ビスピロロピラジン化合物、その製造方法及び顔料としてそれを使用する方法

⑮特 願 昭53-27474

⑯出 願 昭53(1978)3月10日

⑰発明者 源田義一
富山県東礪波郡庄川町示野74の2

同 富田宣夫

礪波市宮村160

⑱発明者 伊藤勝

富山県射水郡大門町栄2550

同 加納三郎

小田原市中里437の7

⑲出願人 日本曹達株式会社
東京都千代田区大手町二丁目2番1号

⑳代理人 弁理士 伊藤晴之 外1名

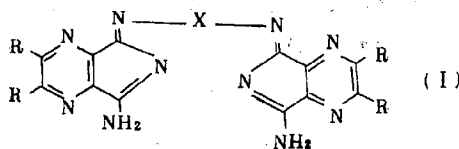
明 細 書

1. 発明の名称

ビスピロロピラジン化合物、その製造方法及び顔料としてそれを使用する方法。

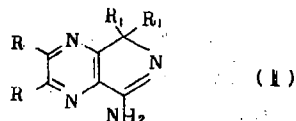
2. 特許請求の範囲

(1) 一般式(I)

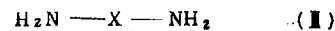


(式中、Rは水素原子又はメチル基を、Xは、炭素環式芳香族ジアミン残基又は、複素環式芳香族ジアミン残基を表わす)で示されるビスピロロピラジン化合物。

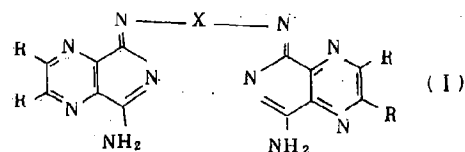
(2) 一般式(II)



(式中、Rは水素原子又はメチル基を、R1は低級アルコキシ基を表わす)で示されるピロロピラジンと一般式(III)



(式中、Xは炭素環式芳香族ジアミン残基又は複素環式芳香族ジアミン残基を表わす)で示されるジアミンとを有機溶媒中で反応させることを特徴とする一般式(I)

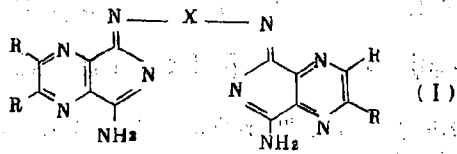


(式中、Rは水素原子又はメチル基を、Xは炭素環式芳香族ジアミン残基、又は複素環式芳香族ジアミン残基を表わす)で示されるビスピロロピラジン化合物の製造方法。

(3) 有機溶媒が、低級飽和脂肪族アルコールである特許請求の範囲第2項記載の製造方法。

(4) 一般式(I)

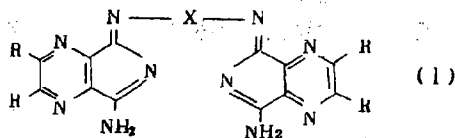
特開昭54-119531(2)



(式中、Rは水素原子又はメチル基を、Xは炭素環式芳香族ジアミン残基又は複素環式芳香族ジアミン残基を表わす)で、示されるビスピロロピラジン化合物を顔料としてビヒクルに混和することによる分散顔料、印刷インクの製造、又はゴム、合成樹脂に配合することによる着色に使用する方法。

3. 発明の詳細な説明

本発明は、ビスピロロピラジン化合物に係り、更に詳しくは、一般式(I)



フェニルケトンなどのように $-\text{CH}_2-$ 、 $-\text{CH}=\text{CH}-$ 、 $-\text{CO}-$ 、 $-\text{CONH}-$ 、 $-\text{NHC(=O)NH}-$ 、 $-\text{O}-$ 、 $-\text{S}-$ 、 $-\text{SO}-$ 、 $-\text{SO}_2-$ 、 $-\text{S}-\text{S}-$ 、 $-\text{SO}_2\text{NH}-$ 、 $-\text{NH}-$ 、 $-\text{N}=\text{N}-$ 、 $-\text{N}=\text{N}-$ アリレン $-\text{N}=\text{N}-$ 、 $-\text{N}=\text{N}-$ ジアリレン $-\text{N}=\text{N}-$ などの結合によって形成されたジアミン、及び2,6-ジアミノピリジン、2,6-ジアミノカルバゾール、2,6-ジアミノベンゾチアゾール、3,6-ジアミノアクリジン、1,4-ジアミノアンスラキノン、1,5-ジアミノアンスラキノンなどの複素環芳香族ジアミン、並びにこれら化合物の炭素環上にメチル、エチルのような低級アルキル基、メトキシ、エトキシ、フェノキシのような置換ヒドロキシル基、ハロゲン、カルボキシル基、ニトロ基、シアノ基などの置換基を有する芳香族ジアミン類がある。

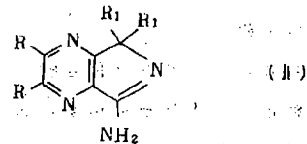
更に、本発明は、一般式(I)で示されるビスピロロピラジン化合物を製造する方法に関する。即ち、このものは一般式(II)

(式中、Rは水素原子、又はメチル基を、Xは炭素環式芳香族ジアミン残基、又は複素環式芳香族ジアミン残基を表わす)で示される新規の価数あるビスピロロピラジン化合物に関するものである。

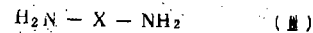
一般式(I)におけるRは水素原子、又はメチル基であり、Xは一般式(II)



で示される炭素環式芳香族ジアミン又は複素環式芳香族ジアミンの残基Xである。この芳香族ジアミンとしては、o-フェニレンジアミン、m-フェニレンジアミン、p-フェニレンジアミン、4,4'-ジアミノジフェニルトリフエニル、4,4'-ジアミノジフェニル、1,4-ジアミノナフタレン、1,5-ジアミノナフタレンなどの通常のジアミンの他に、4,4'-ジアミノジフェニルスルホン、4,4'-ジアミノジフェニルエーテル、4,4'-ジアミノベンズアニリド、4,4'-ジアミノステルベン、4,4'-ジアミノジ



で示されるピロロピラジン(式中、Rは前記載の意味を、R₁は低級アルコキシ基を表わす)と一般式(II)

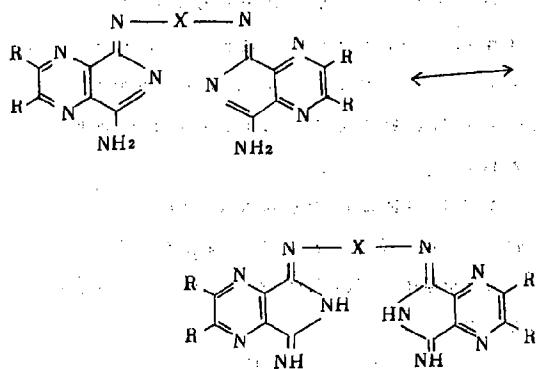


(式中、Xは前記載の意味を有する)で示される炭素環式芳香族ジアミン、又は複素環式芳香族ジアミンとを有機溶媒中で縮合させることにより得られる。

本発明に使用する一般式(II)で示されるピロロピラジン化合物は、近年、工業的生産が可能となつた、ジアミノマレオニトリル(DAMN)から誘導される5,6-ジ置換-2,3-ジシアノピラジンを常態で、低級脂肪族アルコキシの触媒量の存在下のものと、低級脂肪族アルコ

ール中に溶解して反応させ、同温度でしばらく保持したのち、冷却することにより結晶として高収率で製造することができる。

なお一般式(Ⅰ)で示される化合物は次の互変異性体として示すこともできる。



又、一般式(Ⅰ)で示される化合物も、次のような互変異性体として示してもよい。

ることが望ましい。

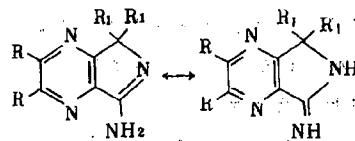
縮合反応に用いる有機溶媒は、該縮合反応に関与しない不活性な溶媒であつて、縮合によつて生成する低級アルコールと相溶性ある溶媒が望ましく、メタノール、エタノール、*n*-プロパノール、イソプロパノール、*n*-ブタノール、*i*-ブタノール、*sec*-ブタノールなどの脂肪族低級アルコールが好ましく使用される。

反応時間は、通常5～25時間、好ましくは、10～22時間である。

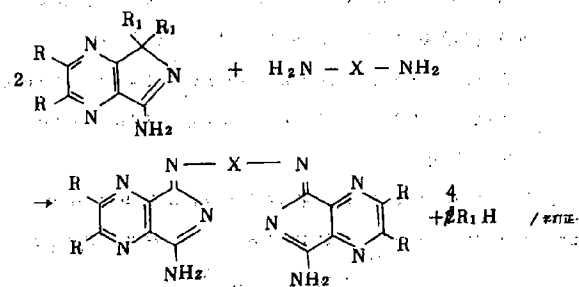
なお、この一般式(Ⅱ)で示されるピロロピラジン化合物と、一般式(Ⅲ)で示されるジアミンの縮合反応の態様として、5,6-ジ置換ジシアノピラジンを常温で低級脂肪族アルコキシドの触媒量の存在下のもとに、低級脂肪族アルコール中に溶解、反応させて一般式(Ⅱ)で示されるピロロピラジン生成させ、これを取り出すことなく一般式(Ⅲ)で示されるジアミンと反応させても良い。

このようにして製造された、一般式(Ⅰ)で示さ

特開昭54-119531(3)



本発明に係る一般式(Ⅰ)で示されるビスピロロピラジン化合物の製造方法は、一般式(Ⅱ)で示されるピロロピラジンと一般式(Ⅲ)で示されるジアミンとを、有機溶媒中で、次の反応式によつて反応させることより成る。



この縮合反応は、比較的低温で進行するが、反応温度は、40℃以上、特に50～130℃とす

れるビスピロロピラジン化合物は、鮮明な深黄色～深橙黄色の色調を呈する場合が多く、その融点は大部分250℃以上である。また、その耐候堅牢度、耐溶剤性、耐薬品性、鮮明度、着色力等の主要な顔料特性においても、広く使用されている多数の高級顔料に比肩し得る優れたものである。このため本発明に係る化合物(Ⅰ)を天然、又は合成ビヒクルと混練し、要すれば顔料助剤を添加することによつて印刷インキ、塗料等を製造することができる。又、ゴム、合成樹脂等中に分散させることによつて、これら基材を着色することも可能である。

以下、実施例及び試験例をあげ本発明を更に詳細に説明する。

実施例 1

300 ㎖ ナス型フラスコに 7,7-ジメトキシ-5-イミノ-5H-ピロロ[3,4-*b*]ピラジン 10.0 g、2,3,3'-ジクロルベンジジン 7.0 g を仕込み更にメタノール 200 ㎖ を入れて還流下で 15 時間攪拌保持した。析出した結晶を 50～60℃

特開昭54-119531(4)

実施例 2

500 ml ナス型フラスコに 2,3-ジメチル-7,7-ジメトキシ-5-イミノ-5H-ピロロ[3,4-b]ピラジン 10.0 g, 4,4'-ジアミノベンズアニリド 6.1 g, メタノール 350 ml を仕込み、還流下で 18 時間攪拌保持した。析出した結晶を 50~60℃ で濾過し、メタノール、エタノール、アセトン、水の各々 20 ml で良く洗浄した後、乾燥して、10.5 g の深橙黄色粉末を得た。

このものの物性は次の通りであつた。

融点 : 270℃ (分解変色) *

元素分析値例 : $C_{29}H_{25}N_{11}O$, 分子量 543 として

	C	H	N
分析値	64.52	4.69	28.68
計算値	64.09	4.60	28.36

赤外線吸収スペクトル : (KBr, cm^{-1})

3320, 2980, 1650, 1600, 1530, 1500, 1400, 1380, 1335, 1310, 1230, 1175,

で濾過し、メタノール、エタノール、アセトン、水の各々 30 ml で良く洗浄した後乾燥して、11.0 g の深橙黄色粉末を得た。

このものの物性は次の通りであつた。

融点 : 247-250℃ (分解)

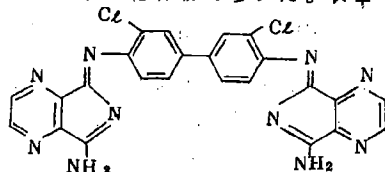
元素分析値例 : $C_{24}N_{14}N_{10}C_{12}$ 分子量 513 として

	C	H	N	Cl
分析値	56.50	3.02	27.20	13.57
計算値	56.14	2.73	27.29	13.84

赤外線吸収スペクトル : (KBr, cm^{-1})

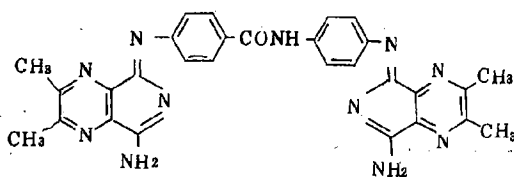
3310, 3150, 1615, 1525, 1470, 1360, 1290, 1230, 1145, 1040, 860, 810, 700 など

以上の結果より生成物は次の構造を有するビスピロロピラジン化合物であつた。収率 83.2%



970 など

以上の結果より生成物は次の構造を有するビスピロロピラジン化合物であつた。収率 86.0%。



実施例 3.

500 ml ナス型フラスコに 2,3-ジメチル-7,7-ジメトキシ-5-イミノ-5H-ピロロ[3,4-b]ピラジン 10.0 g, 4,4'-ジアミノベンズアニリド 5.6 g, メタノール 400 ml を仕込み、還流下で 16 時間攪拌保持した。析出した結晶を 50~55℃ で濾過し、メタノール、エタノール、アセトン、水の各々 30 ml で良く洗浄した後、乾燥して 5.90 g の緑色をおびた深黄色粉末を得た。

このものの物性は次の通りであつた。

融点 : 304℃ (分解)

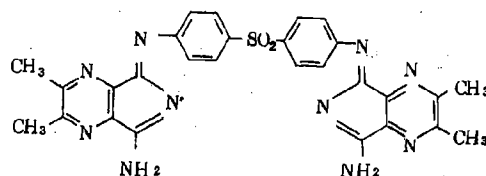
元素分析値例 : $C_{28}H_{24}N_{10}O_2S$, 分子量 564 として

	C	H	N	S
分析値	59.77	4.20	25.00	5.65
計算値	59.57	4.26	24.82	5.67

赤外線吸収スペクトル : (KBr, cm^{-1})

3370, 2980, 1615, 1590, 1530, 1380, 1335, 1280, 1190, 1135, 1095, 970, 820 など

以上の結果より生成物は次の構造を有するビスピロロピラジン化合物であつた。収率 46.5%



実施例 4.

500 ml ナス型フラスコに、2,3-ジメチル-7,7-ジメトキシ-5-イミノ-5H-ピロロ[3,4-b]ピラジン 10.0 g、4,4'-ジアミノ-ジフェニルメタン 9.0 g、メタノール 350 ml を仕込み、還流下で 18 時間攪拌保持した。析出した結晶を 55~60℃ で濾過しメタノール、エタノール、アセトン各々 30 ml で、良く洗浄した後乾燥して 10.0 g の深黄色の極めて鮮明な粉末を得た。

このものの物性は次の通りであつた。

融 点 : 249~252℃ (分解)

元素分析値例: $C_{29}H_{26}N_{10}$ 分子量 514 として

	C	H	N
分析値	68.11	5.15	27.63
計算値	67.70	5.01	27.24

赤外線吸収スペクトル (KBr, cm^{-1})

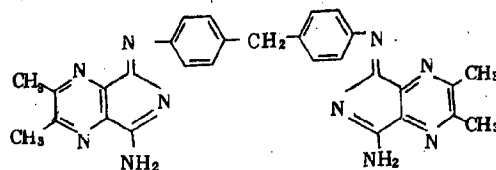
3300, 3000, 2950, 1610, 1510, 1430,
1380, 1335, 1265, 1190, 1135, 965,
810 など

て深黄色の鮮明な粉末 10.2 g を得た。

このものの物性は、実施例 4 の生成物の物性と一致した。 収率 63%

以上の結果より生成物は、次の構造を有するビスピロロピラジン化合物であつた。

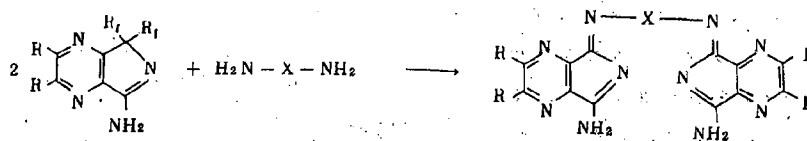
収率 86.2%




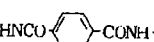
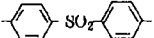
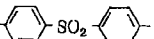
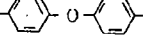
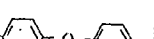
実施例 5.

300 ml 4 頸フラスコにメタノール 200 ml を入れ、水浴で 20~25℃ に保持し攪拌した。次に金属ソーダ 1.0 g を入れ完全に溶解させ 5,6-ジメチル-2,3-ジシアノピラジン 10 g を加え、2 時間攪拌保持した。更にこの中へ 4,4'-ジアミノジフェニルメタン 6.3 g を入れ還流下で 17 時間攪拌保持した。析出した結晶を 55~60℃ で濾過、メタノール、エタノール、アセトン、水の各々 20 ml で良く洗浄した後乾燥し

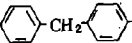
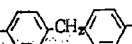
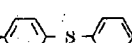

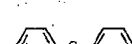
实施例 1 ~ 4


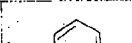

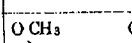
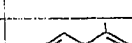


実施例	R	-X-	溶媒	反応温度	反応時間(Hr)	収率(%)	色調	m. p. (°C)	元素分析値(%)					赤外線吸収スペクトル (KBr; cm ⁻¹)
									C	H	N	Cl	S	
6	H		メタノール	室温下	20	72.8	淡橙色	245~ 247	62.17 (61.60)	3.86 (3.49)	32.03 (31.63)	— —	— —	3350, 1600, 1490, 1400, 1360, 1300, 1230, 1140, 830, 755 など
7	CH ₃		"	"	15	63.0	深橙 黄色	277~ 280	60.00 (59.05)	3.92 (3.87)	25.11 (24.60)	12.62 (12.48)	— —	3300, 3200, 2940, 1610, 1530, 1470, 1340, 1195, 1150, 1040, 970, 805 など
8	H		"	"	18	84.0	"	300 以上	65.70 (64.86)	4.43 (3.60)	31.49 (31.53)	— —	— —	3380, 3150, 1650, 1610, 1530, 1485, 1360, 1290, 1220, 1145, 1000, 820 など

実施例	R	-X-	溶媒	反応温度	反応時間 (hr)	収率 (%)	色調	m.p. (°C)	元素分析値 (%)					赤外線吸収スペクトル (KBr: cm ⁻¹)
									C	H	N	Cl	S	
9	CH ₃		メタノール	還流下	17	82.0	深緑色	252~ 255(5647)	56.99 (431)	4.78 (32.94)	32.60	—	—	3340, 2960, 1650, 1610, 1530, 1490, 1330, 1290, 1180, 1110, 935, 870 など
10	H		"	"	"	84.2	"	260~ 264(5286)	51.87 (308)	4.00 (37.00)	36.95	—	—	3320, 1650, 1610, 1530, 1490, 1380, 1290, 1110, 1070, 930, 860 など
11	H		"	"	16	38.2	緑黄色	243~ 246(5669)	55.24 (315)	3.08 (2756)	27.23	—	5.97 (630)	3370, 3200, 1610, 1590, 1530, 1365, 1280, 1140, 1100, 820 など
12	CH ₃		エタノール	"	17	28.3	"	304 分解 (5957)	57.99 (426)	4.30 (24.82)	25.51	—	5.82 (5.67)	3360, 3240, 1620, 1590, 1530, 1335, 1280, 1140, 1100, 970, 820 など
13	H		"	"	20	89.5	深棕色	283~ 285(6261)	63.03 (348)	4.00 (3043)	30.74	—	—	3300, 3150, 1610, 1530, 1490, 1360, 1220, 1145, 1005, 835 など
14	CH ₃		"	"	18	70.0	深黄色	260~ 263(6512)	63.51 (465)	4.81 (27.13)	26.95	—	—	3350, 3160, 1610, 1530, 1490, 1380, 1335, 1220, 1150, 970 など

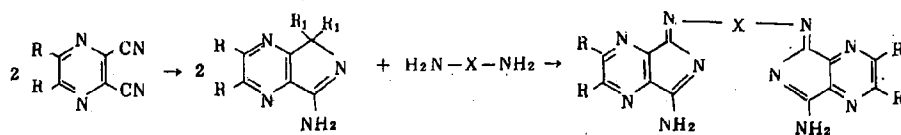
-172-

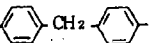
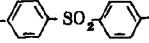

実施例	R	-X-	溶媒	反応温度	反応時間 (Hr)	収率 (%)	色調	m.p. (°C)	元素分析値 (例)					赤外線吸収スペクトル (KBr: cm ⁻¹)
									C	H	N	Cl	S	
15	H		メタノール	回流下	15	900	深橙黄色	255 分解	65.00 (65.50)	4.31 (3.93)	30.82 (30.57)	—	—	3350, 3160, 1610, 1530, 1500, 1360, 1290, 1220, 1050, 810 など
16	CH ₃		エタノール	"	19	502	深黄色	249~ 252	66.86 (67.70)	4.87 (5.06)	27.61 (27.24)	—	—	3300, 3000, 1610, 1510, 1430, 1380, 1335, 1260, 1190, 1130, 970 など
17	H		メタノール	"	15	87.7	深橙黄色	265 分解	58.89 (60.50)	4.00 (3.36)	29.33 (29.41)	—	6.62 (6.72)	3350, 3170, 1610, 1530, 1470, 1360, 1290, 1220, 1145, 1000, 830 など
18	H		"	"	17	51.1	深赤黄色	260 分解	54.49 (53.93)	3.02 (2.62)	31.09 (31.46)	—	—	3490, 3350, 1620, 1595, 1500, 1400, 1340, 1220, 1090, 870, 810 など
19	CH ₃		エタノール	"	19	84.0	深茶黄色	300 以上	58.62 (59.50)	5.03 (4.96)	28.29 (28.93)	—	6.73 (6.61)	3350, 3200, 1610, 1530, 1475, 1380, 1335, 1270, 1190, 1000, 960 など


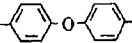
実施例	R	-X-	溶媒	反応温度	反応時間 (Hr)	収率 (%)	色調	m.p. (°C)	元素分析値 (例)					赤外線吸収スペクトル (KBr: cm ⁻¹)
									C	H	N	Cl	S	
20	H		メタノール	回流下	20	520	深橙黄色	187~ 190	60.22 (59.69)	4.43 (4.12)	24.51 (24.01)	12.24 (12.18)	—	3310, 3150, 1655, 1620, 1530, 1480, 1360, 1290, 1230, 1145, 1050, 920, 820 など
21	H		エタノール	"	20	30	深橙黄色	290~ 293	56.50 (57.46)	3.33 (3.09)	40.25 (39.43)	—	—	3280, 2950, 1620, 1550, 1520, 1420, 1365, 1300, 1215, 1145, 1055, 810, 700 など
22	CH ₃		メタノール	"	20	34	深橙黄色	295 分解	60.41 (61.31)	5.04 (4.62)	35.11 (34.06)	—	—	3390, 2980, 1620, 1550, 1425, 1380, 1335, 1260, 1200, 1145, 1100, 980, 810 など
23	CH ₃		"	"	15	78	深橙黄色	265 変色分解	63.42 (64.29)	5.23 (5.00)	25.44 (25.00)	—	—	3350, 3200, 2990, 2910, 1650, 1600, 1520, 1480, 1380, 1335, 1240, 1030, 970, 830 など
24	CH ₃		"	"	18	65	深橙黄色	300 以上	64.80 (65.82)	4.51 (4.64)	29.32 (29.54)	—	—	3300, 3050, 1620, 1530, 1380, 1335, 1260, 1195, 1140, 1100, 970, 770 など

実施例 25 ~ 29

実施例 5 と同様にして、次式における R, X 及び反応条件をかえて製造した。



実施例	R	-X-	溶媒	反応温度	反応時間 (Hr)	収率 (%)	色調	m.p. (°C)	元素分析値 (%) *					赤外線吸収スペクトル (KBr : cm ⁻¹)
									C	H	N	Cl	S	
25	CH ₃		メタノール	還流下	18	46	深黄色	249~253	67.21 (67.70)	5.53 (5.06)	27.60 (27.24)	—	—	3300, 3000, 1610, 1510, 1430, 1380, 1335, 1260, 1190, 1130, 970 など
26	CH ₃		エタノール	"	15	35.0	緑黄色	304 分解	60.22 (59.57)	4.86 (4.26)	25.02 (24.82)	—	5.44 (5.67)	3360, 3240, 1620, 1590, 1530, 1335, 1280, 1140, 1100, 970, 820 など
27	H		メタノール	"	13	66	茶褐色	300 以上	64.00 (63.16)	3.52 (3.35)	34.00 (33.49)	—	—	3300, 3050, 2960, 1620, 1380, 1340, 1260, 1195, 1140, 1100, 970, 770 など

実施例	R	-X-	溶媒	反応温度	反応時間 (Hr)	収率 (%)	色調	m.p. (°C)	元素分析値 (%) *					赤外線吸収スペクトル (KBr : cm ⁻¹)
									C	H	N	Cl	S	
28	H		メタノール	還流下	17	73.0	深褐色	245~248	60.22 (61.60)	4.23 (3.49)	30.99 (31.63)	—	—	3350, 1600, 1490, 1400, 1360, 1300, 1230, 1140, 830, 755 など
29	CH ₃		エタノール	還流下	19	69.1	深黄色	260~262	65.87 (65.12)	5.06 (4.65)	27.11 (27.13)	—	—	3350, 3160, 1610, 1530, 1490, 1380, 1335, 1220, 1150, 970 など

* () 値は計算値

試験例 1

実施例 1 ~ 29 で得られた化合物の一部について JIS K5101 (顔料試験法) の方法に従って顔料適性試験を行つた。着色力、日光堅牢度試験に用いた試験片は次のようにして作成した。

即ち化合物 1.00 g と 4 号アマト油 1.50 g とをフーバーマラーで 500 回練和して調製して、濃色 (full shade) の印刷インキを調製した。また、濃色インキ 0.20 g を白色エキステンダーインキ (酸化亜鉛 50.0 % 含有) 5.0 g と混合して淡色 (tinting shade) インキを調製した。この両インキ 1.5 cc をテスト印刷紙 (ケント紙) に 5.25 cm^2 の面積に展色したものを用いた。この顔料適性試験の結果は次の表の通りであつた。

顔料適性試験結果表

化合物 番号	着色力		日光堅牢度		耐薬品性		耐溶剤性	
	濃色	淡色	濃色	淡色	濃色	淡色	濃色	淡色
1	7	8	5	3	4	4	5	1
2	7	8	5	3	4	4	5	2
3	7	8	5	3	4	4	5	3
4	7	8	5	3	4	4	5	4
5	7	8	5	3	4	4	5	5
6	7	8	5	3	4	4	5	6
7	7	8	5	3	4	4	5	7
8	7	8	5	3	4	4	5	8
9	7	8	5	3	4	4	5	9
10	7	8	5	3	4	4	5	10
11	7	8	5	3	4	4	5	11
12	7	8	5	3	4	4	5	12
13	7	8	5	3	4	4	5	13
14	7	8	5	3	4	4	5	14
15	7	8	5	3	4	4	5	15
16	7	8	5	3	4	4	5	16
17	7	8	5	3	4	4	5	17
18	7	8	5	3	4	4	5	18
19	7	8	5	3	4	4	5	19
20	7	8	5	3	4	4	5	20
21	7	8	5	3	4	4	5	21
22	7	8	5	3	4	4	5	22
23	7	8	5	3	4	4	5	23
24	7	8	5	3	4	4	5	24
25	7	8	5	3	4	4	5	25

※ 該当番号の実施例で得られた化合物
 ※※ 快晴の日 (1 日 8 時間) 10 日間照射
 ※※※ フェードメーターで 100 時間照射・8 段階、最高 8 級 (ブルースケール比較) (耐薬品性は JIS 規格の 1 % 濃度を 5 % 濃度にしてテスト)

試験例 2

実施例 1 で得られた顔料 2.0 g、と二酸化チタン粉末 10 g、大豆油アルキッド樹脂 26.4 g、メラミン-ホルムアルデヒド樹脂 (固型分: 50 %) 24.0 g、エチレングリコールモノメチルエーテル 9.0 g 及びキシレン 30 g からなる混合物を、ガラスビーズ 50 g を用いて、3 時間粉碎して、ラツカーを得た。このラツカーを鋼板テストパネル上に噴霧し、室温で 1 時間予備乾燥した後 120 °C で 30 分間焼付けして橙黄色の塗膜を得た。この塗膜は優れた着色力、非常に良好な耐光性及び耐食性を有した。

試験例 3

実施例 15 で得られた顔料 2 g とアルミナ水和

物 36 g、アマト油ワニス 60 g、ナフテン酸コバルト 0.3 g とをロールミルで良く摩擦した。得られたカラーペーストで調製展色したケント紙上の色調は深黄色にプリントされ、その濃度は濃く、日光堅牢度は著しく良好であつた。

試験例 4

実施例 12 で得た顔料をメラミンアルキッド樹脂、チタン白、ナフテン酸コバルト、ナフテン酸鉛、キシレンで調製して塗料を得、これを塗装用板に 0.2 ミルの厚さで塗布し、30 分間、予備乾燥 (常乾) させ、180 °C で 30 分間、焼付けを行つたところやや緑色をおびた深黄色の塗装板を得た。

この塗装板についてブリード試験を行なつたがブリードは生じなかつた。

また、サンシャインクエザー 0-メーターで 200 時間照射ののちも、この顔料は良好な耐光性を有していた。

出願人 日本曹達株式会社

代理人 伊 藤 晴 之